

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①① N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

**2 771 925**

②① N° d'enregistrement national : **97 15316**

⑤① Int Cl<sup>6</sup> : A 61 K 7/11

⑫

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

**A1**

②② Date de dépôt : 04.12.97.

③③ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 11.06.99 Bulletin 99/23.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule*

⑥③ Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : L'OREAL Societe anonyme — FR.

⑦② Inventeur(s) : SAMAIN HENRI et DUPUIS CHRIS-  
TINE.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : CASALONGA ET JOSSE.

⑤④ DISPOSITIF AEROSOL COMPRENANT UNE COMPOSITION CAPILLAIRE AQUEUSE FIXANTE PROPULSEE  
PAR LE DIMETHYLETHER, A BASE D'UN POLYMERE A MOTIFS VINYL LACTAME.

⑤⑦ L'invention concerne un dispositif aérosol comprenant  
une composition capillaire aqueuse fixante propulsée par le  
diméthyléther. La composition aqueuse fixante contient au  
moins un homopolymère ou copolymère à motifs vinyl lac-  
tame, en une quantité supérieure à 9% en poids sur la base  
du poids total de la composition aqueuse fixante et possède  
une viscosité dynamique, mesurée au viscosimètre DRAGE  
module 1 à 25 °C, inférieure à  $50 \times 10^{-3}$  Pa. s. Le dispositif  
est approprié pour obtenir un pouvoir mouillant compris en-  
tre 200 et 350 mg/s.

FR 2 771 925 - A1



**Dispositif aérosol comprenant une composition capillaire aqueuse fixante propulsée par le diméthyléther, à base d'un polymère à motifs vinyl lactame.**

La présente invention concerne un dispositif aérosol comprenant une composition capillaire aqueuse fixante propulsée par le diméthyléther, à base d'un polymère à motifs vinyl lactame.

5 Les compositions capillaires pour la mise en forme et/ou le maintien de la coiffure les plus répandues sur le marché de la cosmétique sont des compositions à pulvériser essentiellement constituées d'une solution le plus souvent alcoolique et d'un ou plusieurs matériaux, généralement des résines polymères, dont la fonction est de former des  
10 soudures entre les cheveux, appelés matériaux fixants, en mélange avec divers adjuvants cosmétiques. Cette solution est généralement conditionnée soit dans un récipient aérosol approprié mis sous pression à l'aide d'un propulseur, soit dans un flacon pompe.

Dans le souci de diminuer la quantité de composés organiques volatils (COV) tels que les alcools et les hydrocarbures fluorés ou Fréons  
15 présents dans ce type de composition à pulvériser et de respecter l'environnement, on s'intéresse plus particulièrement aux formulations aqueuses propulsées par le diméthyléther.

Pour réaliser une composition aqueuse à pulvériser propulsée par le diméthyléther, on peut utiliser des polymères hydrosolubles.  
20 Cependant, du fait de la viscosité de ces polymères, ils doivent être utilisés en faible concentration et les sprays obtenus sont diffus mais peu laquants et très mouillants. Si l'on utilise une forte concentration de ces polymères, on obtient un bon laquage, mais les sprays ne sont plus satisfaisants car ils ne sortent plus du dispositif aérosol.

25 Pour résoudre le problème de viscosité, on peut utiliser des

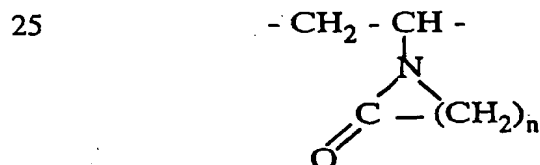
latex, mais ceux-ci présentent l'inconvénient d'une élimination au brossage et au shampooing difficile et d'un aspect blanc à la vaporisation.

Il est connu dans la technique par les demandes EP-A-734 717 et EP-A-729 987 et par la demande de brevet FR-A-2 715 841 d'utiliser des polymères ou copolymères filmogènes hydrosolubles comprenant des motifs vinyl caprolactame et/ou vinyl pyrrolidone pour la formulation de sprays ou laques aérosol à l'eau pouvant être propulsés, entre autres, par le diméthyléther. Néanmoins, dans l'art antérieur, les polymères ou copolymères comportant des motifs N-vinyl caprolactame et/ou N-vinyl pyrrolidone sont utilisés en combinaison avec des agents plastifiants constitués par d'autres polymères ou copolymères leur conférant un bon pouvoir laquant sans poissage.

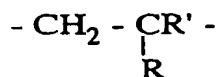
La demanderesse a maintenant découvert qu'en utilisant un certain type de polymères filmogènes hydrosolubles en tant que matériau fixant dans une concentration spécifique dans une phase aqueuse appelée "jus", on pouvait obtenir une composition sous forme d'aérosol telle qu'une laque à l'eau propulsée par le diméthyléther donnant un spray correct, un pouvoir laquant satisfaisant et de bonnes propriétés cosmétiques après démêlage sans effet collant ou poisseux.

Ces polymères sont des homo- ou copolymères à motifs vinyl lactame présents dans la phase aqueuse en une concentration supérieure à 9% en poids et conférant au jus aqueux une viscosité inférieure à  $50 \times 10^{-3}$  Pa.s.

Ils comprennent des motifs vinyl lactame de formule :



dans laquelle n est indépendamment 3, 4 ou 5, et, éventuellement des motifs de formule :



dans laquelle :

R représente indépendamment un radical carboxy, un radical carbalcoxy, un radical acyloxy, le groupement alcoxy du radical

carbalcoxy pouvant être substitué par au moins un radical hydroxy, amino, alkylamino ou dialkylamino, ou un radical aryle, en particulier phényle, éventuellement substitué par au moins un radical alkyle, et

5 R' représente indépendamment un atome d'hydrogène ou un radical alkyle.

La présente invention a donc pour objet un dispositif aérosol contenant une composition aérosol constituée, d'une part par le diméthyléther à titre de propulseur et, d'autre part par une composition capillaire aqueuse fixante comprenant un polymère à motifs vinyl lactame, la composition aqueuse fixante contenant au moins un  
10 homopolymère ou copolymère à motifs vinyl lactame en une quantité supérieure à 9% en poids sur la base du poids total de la composition aqueuse fixante et possédant une viscosité dynamique, mesurée au viscosimètre DRAGE module 1 à 25°C, inférieure à  $50 \times 10^{-3}$  Pa.s.

15 De préférence, la concentration en homopolymère ou copolymère à motifs vinyl lactame ne dépasse pas 13% en poids sur la base du poids total de la composition aqueuse fixante.

Avantageusement, les polymères à motifs vinyl lactame sont choisis parmi les homopolymères de vinyl caprolactame tels que  
20 LUVISKOL PLUS vendu par BASF, les homopolymères de vinyl pyrrolidone tels que LUVISKOL K30 vendu par BASF, et les copolymères de vinyl pyrrolidone/acétate de vinyle tels que PVPVA S630L vendu par ISP, LUVISKOL VA 73, VA 64, VA 55, VA 37 et VA 28 vendus par BASF.

25 Les polymères préférés sont les homopolymères de vinyl caprolactame ayant un indice de viscosité (nombre K) compris entre 30 et 50.

La composition capillaire aqueuse selon l'invention contient au moins 80% en poids d'eau.

30 Une caractéristique essentielle de la composition capillaire aqueuse selon l'invention lorsqu'elle est distribuée en aérosol, est son pouvoir mouillant compris entre 200 et 350 mg/s.

Selon la présente invention, le pouvoir mouillant correspond à la quantité de produit reçue par une feuille de matière plastique disposée à  
35 une distance de 35 cm de la buse du dispositif aérosol pendant une unité de

5

10

15

20

- on mesure la quantité de produit reçue sur la feuille verticale

25

30

35

La concentration minimale en polymère de 9% en poids permet

l'obtention d'un niveau laquant satisfaisant tout en limitant l'aspect mouillant. La concentration maximale doit permettre de rester dans un domaine de viscosité acceptable. Cette concentration maximale variable suivant les polymères ne dépasse pas de préférence 13% en poids.

5           Outre le matériau fixant et l'eau, la composition capillaire fixante selon l'invention peut comprendre en outre au moins un adjuvant choisi parmi les agents tensio-actifs non-ioniques, anioniques, cationiques et amphotères, les polymères anioniques, non-ioniques et amphotères différents des polymères à motifs vinyl lactame dont les  
10 protéines et hydrolysats de protéines, les céramides et pseudo-céramides, les silicones volatiles ou non volatiles, cycliques, linéaires ou ramifiées, modifiées ou non modifiées, les vitamines et pro-vitamines dont le panthénol, les huiles végétales, animales, minérales et synthétiques, les cires autres que les céramides et pseudo-céramides, les filtres solaires  
15 hydrosolubles et liposolubles, siliconés ou non siliconés, les pigments minéraux et organiques, colorés ou non colorés, les agents nacrants et opacifiants, les agents séquestrants, les agents épaississants minéraux et organiques, les agents anti-oxydants, les hydroxyacides, les agents de pénétration, les parfums et les agents conservateurs.

20           Il est par ailleurs possible d'introduire dans la composition selon l'invention un agent plastifiant classique choisi dans le groupe comprenant :

- les Carbitols de la Société UNION CARBIDE, à savoir le carbitol ou diéthylène glycol éthyléther, le méthyl carbitol ou diéthylène  
25 glycol méthyléther, le butyl carbitol ou diéthylène glycol butyléther, ou encore l'hexyl carbitol ou diéthylène glycol hexyléther,

- les Cellosolves de la Société UNION CARBIDE, à savoir le cellosolve ou éthylène glycol éthyléther, le butyl cellosolve ou éthylène glycol butyléther, l'hexyl cellosolve ou éthylène glycol hexyléther,

30           - les dérivés de propylène glycol et en particulier le propylène glycol phényléther, le propylène glycol diacétate, le dipropylène glycol butyléther, le tripropylène glycol butyléther, ainsi que les Dowanols de la Société DOW CHEMICAL, à savoir le Dowanol PM ou propylène glycol méthyléther, le Dowanol DPM ou dipropylène glycol méthyléther et le  
35 Dowanol TPM ou tripropylène glycol méthyléther.

On peut encore citer :

- le diéthylène glycol méthyléther ou Dowanol DM de la Société DOW CHEMICAL,

5       - l'huile de ricin oxyéthylénée à 40 moles d'oxyde d'éthylène telle que celle vendue par la Société RHONE POULENC sous la dénomination de "Mulgofen EL-719",

- l'alcool benzylique,

- le citrate de triéthyle vendu par la Société PFIZER sous la dénomination de "Citroflex-2",

10       - le 1,3-butylène glycol,

- les phtalates et adipates de diéthyle, de dibutyle et de diisopropyle,

- les tartrates de diéthyle et de dibutyle,

- les phosphates de diéthyle, de dibutyle et de diéthyl-2 hexyle,

15       et

- les esters de glycérol tels que le diacétate de glycérol (diacétine) et le triacétate de glycérol (triacétine).

20       L'agent plastifiant est alors généralement utilisé à une concentration comprise entre 0,1 et 15% en poids par rapport au poids de polymère à motifs vinyl lactame.

De préférence, l'extrait sec de la composition capillaire aqueuse selon l'invention a une température de transition vitreuse comprise entre 40 et 70°C.

25       La composition capillaire sous forme d'aérosol selon l'invention est constituée, d'une part par la composition aqueuse décrite ci-dessus comprenant au moins un homopolymère ou copolymère à motifs vinyl lactame et d'autre part, par le diméthyléther à titre de propulseur. La quantité de diméthyléther est inférieure à 50% en poids sur la base du poids total de la composition.

30       Une forme de réalisation préférée de la composition capillaire sous forme d'aérosol selon l'invention est celle contenant 65% en poids de la composition aqueuse décrite ci-dessus et 35% en poids de diméthyléther.

35       L'invention a également pour objet un procédé de traitement des fibres kératiniques consistant à appliquer sur les fibres une composition

mesurée au viscosimètre DRAGE module 1 à 25°C inférieure à  $50 \times 10^{-3}$  Pa.s, au moyen d'un dispositif approprié pour obtenir un pouvoir mouillant compris entre 200 et 350 mg/s.

5 L'invention sera mieux illustrée à l'aide des exemples non limitatifs suivants.

### EXEMPLE 1

#### Spray aérosol

10

#### Composition aqueuse

	- Polyvinyl caprolactame	13 g	MA (matière active)
15	- Monométhyléther de tripropylèneglycol	1,6 g	
	- Eau déminéralisée	qs	100 g

20 Pour formuler l'aérosol, on utilise 65 g de la composition aqueuse ci-dessus et 35 g de diméthyléther, que l'on introduit dans un dispositif aérosol équipé d'une valve avec un gicleur à deux orifices de 0,5 mm de diamètre, un corps de valve de 0,36 mm, un orifice de buse de 0,36 mm, et un élément en forme de disque à deux canaux de dimension 0,25 x 0,25 mm (ci-après désignée valve V36), et d'un diffuseur type COSMOS Buse AQUA 0,4 commercialisé par la société PRECISION.

25 Le pouvoir mouillant obtenu à l'aide de ce dispositif est 310 mg/s.

### EXEMPLE 2

#### 30 Spray aérosol

#### Composition aqueuse

	- Polyvinyl caprolactame	6,5 g	MA
35	- Copolymère vinyl pyrrolidone/	6,5 g	MA



acétate de vinyle 65/35 (PVPVA S630 L  
vendu par ISP)

- |   |          |
|---|----------|
| - Monométhyléther de tripropylèneglycol | 1,6 g    |
| - Eau déminéralisée                     | qs 100 g |

5

Pour formuler la composition aérosol, on utilise 65 g de la composition aqueuse ci-dessus et 35 g de diméthyléther, que l'on introduit dans un dispositif aérosol équipé d'une valve avec un gicleur à deux orifices de 0,5 mm de diamètre, un corps de valve de 0,36 mm, un orifice de buse de 0,36 mm, et un élément en forme de disque à deux canaux de dimension 0,25 x 0,25 mm (ci-après désignée valve V36), et d'un diffuseur type COSMOS Buse AQUA 0,4 commercialisé par la société PRECISION.

10

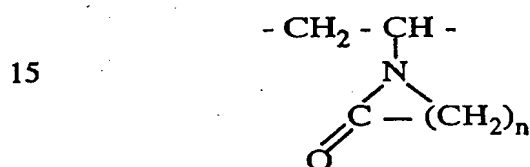
15

Le pouvoir mouillant obtenu à l'aide de ce dispositif est 320 mg/s.

## REVENDEICATIONS

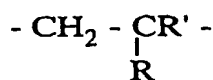
1. Dispositif aérosol contenant une composition aérosol constituée, d'une part par le diméthyléther à titre de propulseur et, d'autre part par une composition capillaire aqueuse fixante comprenant un polymère à motifs vinyl lactame, caractérisée par le fait qu'elle contient  
 5 au moins un homopolymère ou copolymère à motifs vinyl lactame en une quantité supérieure à 9% en poids sur la base du poids total de la composition aqueuse fixante, qu'elle possède une viscosité dynamique, mesurée au viscosimètre DRAGE module 1 à 25°C, inférieure à  $50 \times 10^{-3}$  Pa.s, et qu'elle est distribuée par un dispositif approprié pour obtenir un  
 10 pouvoir mouillant compris entre 200 et 350 mg/s.

2. Dispositif selon la revendication 1, caractérisé par le fait que le polymère à motifs vinyl lactame comprend des motifs de formule :



dans laquelle n est indépendamment 3, 4 ou 5.

3. Dispositif selon la revendication 2, caractérisé par le fait que  
 20 le polymère à motifs vinyl lactame est un copolymère comprenant également des motifs de formule :



dans laquelle :

25 R représente indépendamment un radical carboxy, un radical carbalcoxy, un radical acyloxy, le groupement alcoxy du radical carbalcoxy pouvant être substitué par au moins un radical hydroxy, amino, alkylamino ou dialkylamino, ou un radical aryle, en particulier phényle, éventuellement substitué par au moins un radical alkyle, et

30 R' représente indépendamment un atome d'hydrogène ou un radical alkyle.

4. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que le polymère à motifs vinyl lactame est choisi

parmi les homopolymères de vinyl caprolactame, les homopolymères de vinyl pyrrolidone et les copolymères de vinyl pyrrolidone/acétate de vinyle.

5        5. Dispositif selon la revendication 4, caractérisé par le fait que le polymère à motifs vinyl lactame est un homopolymère de vinyl caprolactame.

6. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait que la composition aqueuse fixante contient au maximum 13% en poids de polymère à motifs vinyl lactame.

10       7. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé par le fait que la composition aqueuse fixante contient au moins 80% en poids d'eau.

8. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé par le fait que la composition aqueuse fixante comprend en outre 0,1 à 15% en poids par rapport au poids du polymère à motifs vinyl lactame d'un agent plastifiant choisi parmi les éthers d'éthylène glycol, de diéthylène glycol, propylène glycol, dipropylène glycol, tripropylène glycol, l'huile de ricin oxyéthylénée, l'alcool benzylique, le citrate de triéthyle, le 1,3-butylène glycol, les phtalates et adipates de diéthyle, dibutyle et diisopropyle, les tartrates de diéthyle et dibutyle, les phosphates de diéthyle, dibutyle et diéthyl-2 hexyle et les esters de glycérol.

9. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé par le fait que la composition aqueuse fixante comprend en outre au moins un adjuvant choisi parmi les agents tensio-actifs non-ioniques, anioniques, cationiques et amphotères, les polymères anioniques, non-ioniques et amphotères différents des polymères à motifs vinyl lactame, dont les protéines et hydrolysats de protéines, les céramides et pseudo-céramides, les silicones volatiles ou non volatiles, cycliques, linéaires ou ramifiées, modifiées ou non modifiées, les vitamines et pro-vitamines dont le panthénol, les huiles végétales, animales, minérales et synthétiques, les cires autres que les céramides et pseudo-céramides, les filtres solaires hydrosolubles et liposolubles, siliconés ou non siliconés, les pigments minéraux et organiques, colorés ou non colorés, les agents nacrants et opacifiants, les agents séquestrants,

35

les agents épaississants minéraux et organiques, les agents anti-oxydants, les hydroxyacides, les agents de pénétration, les parfums et les agents conservateurs.

5 10. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé par le fait que l'extrait sec de la composition aqueuse fixante a une température de transition vitreuse comprise entre 40 et 70°C.

10 11. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé par le fait qu'il contient une quantité de diméthyléther inférieure à 50% en poids, sur la base du poids total de la composition aérosol.

15 12. Procédé de traitement des fibres kératiniques, caractérisé par le fait qu'on applique sur les fibres une composition aqueuse comprenant une quantité supérieure à 9% en poids d'un matériau fixant constitué par au moins un homopolymère ou copolymère à motifs vinyl lactame tel que défini dans l'une quelconque des revendications 2 à 5 et ayant une viscosité dynamique, mesurée au viscosimètre DRAGE module 1 à 25°C, inférieure à  $50 \times 10^{-3}$  Pa.s, au moyen d'un dispositif approprié pour obtenir un pouvoir mouillant compris entre 200 et 350 mg/s.

INSTITUT NATIONAL

de la

PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE  
PRELIMINAIREétabli sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la rechercheN° d'enregistrement  
nationalFA 550106  
FR 9715316

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
D,X	FR 2 715 841 A (L'OREAL) 11 août 1995 * revendications 1-3,6,8,9,13,14 * * page 2, ligne 28 - page 3, ligne 18 * * page 4, ligne 13-15 *	1,2,4-9, 11,12
X	WO 93 09757 A (L'OREAL) 27 mai 1993 * revendications 1-3,7,9-11 *	1-4,6-9, 11,12
X	WO 96 19971 A (ISP INVESTMENTS) 4 juillet 1996 * revendications 1,11,14,17 * * page 15, ligne 1-6 *	1,2,6,7, 9,11,12
X	EP 0 791 349 A (L'OREAL) 27 août 1997 * revendications 1,2,9,11,12,15 * * page 4, ligne 49-57 *	1-3,6,7, 9,11,12
X	EP 0 257 444 A (BASF) 2 mars 1988 * revendications 1,3,5,6 * * colonne 3, ligne 49-52 * * colonne 4, ligne 25 - colonne 5, ligne 4 *	1-3,6, 11,12
X	US 5 176 898 A (M.E.GOLDBERG E.A.) 5 janvier 1993 * revendications 1,3,5,6 * * colonne 3, ligne 4-25 *	1-4,6,8, 9,11,12
X	EP 0 523 388 A (HELENE CURTIS) 20 janvier 1993 * revendications 1-3,5 *	1-3,6-9, 11,12
-/--		
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
2 septembre 1998		Peeters, J
<p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>		

1

EPO FORM 1503 (3.82) (P04C13)

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

INSTITUT NATIONAL

de la

PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE  
PRELIMINAIREétabli sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la rechercheN° d'enregistrement  
nationalFA 550106  
FR 9715316

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X	WO 92 07545 A (WELLA) 14 mai 1992  * revendications 1,2,8,9,11 * * page 8, alinéa 4 * * exemple 1 *  -----	1-4,6,8, 9,11,12
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
2 septembre 1998		Peeters, J
<b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b>		
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		
T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ..... & : membre de la même famille, document correspondant		

1

EPO FORM 1503 03.82 (P04C13)

**TWO FACE PLANK (USPTO)**